PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI NANOMATERIAL HEMATIT (α-Fe_2O_3) DARI *RED MUD* DENGAN PENAMBAHAN *CAPPING AGENT* EDTA (*Ethylenediaminetetraacetic acid*)

YUNIOR ARTA ARGA MANULANG

H1031201059

SKRIPSI

PROGRAM STUDI KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS TANJUNGPURA

PONTIANAK

2025

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI NANOMATERIAL HEMATIT (α-Fe_2O_3) DARI *RED MUD* DENGAN PENAMBAHAN *CAPPING AGENT* EDTA (*Ethylenediaminetetraacetic acid*)

YUNIOR ARTA ARGA MANULANG

H1031201059

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar

Sarjana Sains pada Program Studi Kimia

PROGRAM STUDI KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS TANJUNGPURA

PONTIANAK

2025

LEMBAR PENGESAHAN

Judul Tugas Akhir	: Pembuatan dan Karakterisasi Nanomaterial Hematit (α-Fe_2O_3) dari *Red Mud* dengan Penambahan *Capping Agent* EDTA (*Ethylenediaminetetraacetic Acid*)
Nama Mahasiswa	: Yunior Arta Arga Manulang
NIM	: H1031201059
Jurusan/Program Studi	: Kimia/Kimia
Tanggal Lulus	: 27 Maret 2025
SK Pembimbing	: No. 410/UN22.8/TD.06/2025 12 Februari 2025.
SK Penguji	: No. 857/UN22.8/TD.06/2025 13 Maret 2025

Dosen Pembimbing

Pembimbing I	Pembimbing II
Berlian Sitorus, S.Si, M.Si, M.Sc Ph,D.	Risya Sasri, S.Si., M.Sc.
NIP 197410102000122006	NIP 199003102023212041

Dosen Penguji

Ketua Penguji	Anggota Penguji
Prof. Dr. Gusrizal, S.Si., M.Si.	Dr. Nelly Wahyuni, S.Si, M.Si.
NIP 197108022000031001	NIP: 197506022000032001

Pemimpin Sidang (merangkap anggota penguji)	Sekretaris Sidang (merangkap anggota penguji)
Berlian Sitorus, S.Si, M.Si, M.Sc Ph,D.	Risya Sasri, S.Si., M.Sc.
NIP 197410102000122006	NIP 199003102023212041

Mengesahkan
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Tanjungpura

Prof. Dr. Gusrizal, S.Si., M.Si
NIP 197108022000031001

Dipindai dengan CamScanner

PERNYATAAN INTEGRITAS AKADEMIK

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama	:Yunior Arta Arga Manulang
NIM	: H1031201059
Program Studi/Jurusan	: Kimia
Fakultas	: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa dokumen ilmiah Tugas Akhir yang disajikan ini tidak mengandung unsur pelanggaran integritas akademik sesuai Peraturan Menteri Pendidikan, Kebudayaan, Riset dan Teknologi Republik Indonesia Nomor 39 Tahun 2021. Apabila di kemudian hari dokumen ilmiah Tugas Akhir ini mengandung unsur pelanggaran integritas akademik sesuai ketentuan perundangan tersebut, maka saya bersedia menerima sanksi akademik dan/atau sanksi hukum yang berlaku.

Demikian pernyataan ini untuk digunakan sebagaimana mestinya.

Pontianak, 6 Maret 2025



Yunior Arta Arga Manulang

H1031201059

Dipindai dengan CamScanner

Pembuatan dan Karakterisasi Nanomaterial Hematit (α-Fe_2O_3) dari *Red Mud* dengan Penambahan *Capping Agent* EDTA (Ethylenediaminetetraacetic Acid)

Abstrak

Nanomaterial hematit (α-Fe_2O_3) salah satu fasa besi oksida yang memiliki kegunaan yang menjanjikan diberbagai bidang teknologi material. Nanomaterial hematit dapat diperoleh dari *red mud* karena memiliki kandungan besi oksida yang tinggi. *Capping agent* merupakan senyawa yang berberan sebagai penudung untuk mencegah partikel membentuk aglomerasi. Pada penelitian ini dilakukan sintesis nanomaterial hematit dengan penambahan *capping agent* EDTA untuk mempelajari pengaruhnya terhadap ukuran nanopartikel hematit yang dihasilkan. Pembuatan nanomaterial hematit diawali dengan proses ekstraksi besi oksida dari *red mud* melalui proses pelarutan menggunakan HCl 3M dan pengendapan menggunakan NaOH 4M hingga larutan mencapai pH 13. Hasil ekstraksi selanjutnya ditambahkan HNO_3 3M dan diendapkan dengan bantuan NaOH 4M hingga larutan mencapai pH 11. Adapun variasi perlakukan terhadap ekstrak adalah : a) presipitasi (NPH-1); b) presipitasi dengan penambahan EDTA (NPH-2); c) hidrotermal dengan penambahan EDTA (NPH-3). Hasil analisis XRD mengonfirmasi bahwa fasa besi oksida yang diperoleh adalah fasa hematit (α-Fe_2O_3). Hasil analisis dengan PSA menunjukan proses presipitasi dengan penambahan EDTA dapat menghasilkan nanomaterial hematit dengan ukuran terkecil yaitu 149,6 nm dengan PDI 0,436 dan ζ-Potensial -34,0.

Kata kunci**:** EDTA, *red mud*, besi oksida, nanomaterial hematit, ukuran partikel, presipitasi dan hidrotermal

Synthesis and Characterization of Hematite (α-Fe_2O_3) Nanomaterials from Red Mud with the Addition of the *Capping Agent* EDTA (Ethylenediaminetetraacetic Acid)

Abstract

Hematite (α-Fe_2O_3) nanomaterials, a phase of iron oxide, exhibit promising applications in various material technology fields. Hematite nanomaterials can be derived from red mud due to its high iron oxide content. A capping agent is a compound that functions as a protective layer to prevent particle agglomeration. In this study, hematite nanomaterials were synthesized with the addition of the capping agent EDTA to investigate its effect on the particle size of the resulting hematite nanoparticles. The synthesis process began with the extraction of iron oxide from red mud via dissolution using 3M HCl, followed by precipitation with 4M NaOH until the solution reached pH 13. The extracted solution was then treated with 3M HNO_3 and further precipitated using 4M NaOH until the pH reached 11. The experimental variations applied to the extract were: (a) precipitation (NPH-1); (b) precipitation with the addition of EDTA (NPH-2); and (c) hydrothermal treatment with the addition of EDTA (NPH-3). XRD analysis confirmed that the obtained iron oxide phase was hematite (α-Fe_2O_3). PSA analysis indicated that the precipitation process with EDTA addition produced the smallest hematite nanomaterials size of 149.6 nm, with a PDI of 0.436 and a ζ-potential of -34.0.

Keywords: EDTA, red mud, iron oxide, hematite nanomaterials, particle size, precipitation, hydrothermal process

PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa karena atas berkat dan rahmat-Nya skripsi yang berjudul "Pembuatan dan Karakterisasi Nanopartikel Hematit (α-Fe_2O_3) dari *Red Mud* dengan Penambahan *Capping Agent"* dapat diselesaikan tepat waktu. Penulisan skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Tanjungpura (Untan) Pontianak. Penulis menyadari bahwa ada banyak dukungan serta motivasi yang penulis terima selama pengerjaan skripsi .Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada

1. Kedua orang tua serta adik laki-laki yang selalu mendoakan serta memberi dukungan selama proses penelitian sehingga skripsi ini dapat diselesaikan dengan baik oleh penulis.
2. Ibu Berlian Sitorus, S.Si, M.Si, M.Sc, Ph.D selaku dosen pembimbing pertama yang telah membimbing, memberi saran dan motivasi selama proses penelitian maupun penulisan sehingga skripsi ini dapat diselesaikan dengan maksimal.
3. Ibu Risya Sasri, S.Si., M.Sc selaku dosen pembimbing kedua yang telah membimbing dan memberi saran, baik selama proses penelitian maupun penulisan sehingga skripsi ini dapat diselesaikan dengan maksimal
4. Bapak Prof. Dr. Gusrizal, S.Si, M.Si selaku dosen penguji pertama dan Ibu Dr. Nely Wahyuni, S.Si, M.Si selaku dosen penguji kedua saya telah memberikan masukan serta saran sehingga penulisan skripsi menjadi lebih baik.
5. Bapak Dr. Muhamad Agus Wibowo, S.Si, M.Si selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah motivasi dan membenri saran baik selama kuliah maupun penelitian.
6. Seluruh dosen, staff dan laboran Jurusan Kimia FMIPA Untan yang telah membantu penulis dalam melaksanakan penelitian di laboratorium.
7. Hafsoh Trimustika Rahimi, Meidiana Pratiwi, Mincen Reva, Nabila Adzirah Yudha Maulidya, dan Uun Rabi'atul Khairiyah selaku rekan kerja yang telah mendukung penulis.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat banyak kekurangan dari skripsi ini, baik berupa pembahasan maupun teknik penyajiannya. Oleh karen itu, penulis sangat mengharapkan krik serta saran yang dapat membangun untuk kesempurnaan skripsi ini. Akhir kata semoga laporan ini dapat bermanfaat dan menambah ilmu pengetahuan bagi seluruh Mahasiswa/i Jurusan Kimia FMIPA Untan dan bagi pembacaan umum lainnya.

Pontianak, 6 Maret 2025

Yunior Arta Arga Manulang

H1031202059

DAFTAR ISI

DAFTAR ISI viii

DAFTAR TABEL x

DAFTAR GAMBAR xi

BAB I PENDAHULUAN 1

1.1 Latar Belakang 1

1.2 Rumusan Masalah 2

1.3 Tujuan Penelitian 3

1.3 Manfaat Penelitian 3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA 4

2.1 Lumpur merah (*Red Mud*) 4

2.2 Hematit (α- Fe_2O_3) 4

2.3 Sintesis Nanopartikel Hematit (α-Fe_2O_3) 6

2.3.1 EDTA sebagai *capping agent* 7

2.4 Karakterisasi Nanopartikel Hematit (α-Fe_2O_3) 8

BAB III METODOLOGI PENELITIAN 11

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian 11

3.2 Alat Dan Bahan 11

3.2 Prosedur Kerja 11

3.2.1 *Pre-tratment red mud* 11

3.2.2 Pencucian dan pemisahan dengan magnet 12

3.2.3 Ekstraksi besi oksida 12

3.2.4 Karakterisasi nanopartikel hematit (α-Fe_2O_3) 13

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 14

4.1 Pre-treatment *Red Mud* 14
4.2 Pencucian dan Pemisahan dengan magnet 15
4.3 Ekstraksi Besi Oksida 16
4.4 Pembuatan Nanopartikel Hematit (α-Fe_2O_3) 17
4.5 Karakterisasi 19
4.5.1 *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR) 19
4.5.2 *X-ray Diffraction* (XRD) 23
4.5.3 *Particle size analyzer* (PSA) 24
BAB V PENUTUP 26
5.1 Simpulan 26
5.2 Saran 26
DAFTAR PUSTAKA 27
LAMPIRAN 32

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi *Red Mud* 4
Tabel 2.2 Perbedaan 2θ dan indeks miler untuk fasa hematit (α-Fe_2O_3), maghemit (γ-Fe_2O_3) dan magnetit (Fe_3O_4) 9
Tabel 4.1 Hasil analisis XRF komposisi *red mud* 14
Tabel 4.2 Rangkuman interpretasi spektra FT-IR dari EDTA, NPH-1, NPH-2 dan NPH-3 22
Tabel 4.3 Rangkuman diameter Z-average, PDI dan Zeta potensial Nanopartikel hematit 24

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Kristal Hematit (α-Fe_2O_3) 5
Gambar 2.2 Rantai dari [Fe_2O_9] dimers sepanjang sumbu c..... 6
Gambar 2.3 Struktur Molekul EDTA..... 8
Gambar 2.4 Karakterisasi α-Fe_2O_3 dengan XRD..... 9
Gambar 4.1 Red Mud..... 14
Gambar 4.2 Red mud hasil pencucian a) Sebelum dan b) setelah pemisahan dengan magnet..... 15
Gambar 4.3 Hasil pelarutan dengan HCl 3M..... 16
Gambar 4.4 Padatan hitam Fe_3O_4 hasil Ekstraksi 17
Gambar 4.5 Spektrum FTIR..... 20
Gambar 4.6 Difraktogram XRD dari nanomaterial hematit..... 23

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanomaterial didefinisikan sebagai material yang memiliki dimensi eksternal atau struktur internal dalam skala nano. Nanomaterial memiliki sifat unik yang berbeda dari material dalam bentuk massal (bulk). Sifat ini mencakup peningkatan reaktivitas kimia, peningkatan sifat listrik dan magnetik serta kemampuan optik yang unik. Sintesis nanomaterial bertujuan untuk memperoleh material dengan sifat yang berbeda dari material massal (bulk) (Harish *et al*.,2022).

Hematit (α-Fe_2O_3) merupakan salah satu nanomaterial oksida logam yang banyak diteliti, hal ini dikarenakan hematit memiliki aplikasi yang luas seperti katalis, elektroda, sensor gas, pigmen, bahan magnetik, terapi klinis serta diagnosis. Hematit (α-Fe_2O_3) merupakan salah satu betuk fasa besi (III) oksida selain maghemite (γ-Fe_2O_3) (Pathan *et al*., 2022). Hematit memiliki struktur rombohedral atau *hexagonal close packed* (hcp) dengan parameter kisi a = 0,5034 nm dan c = 1,375 nm (Soekansa *et al*., 2023). Hematit dapat diperoleh dari berbagai sumber seperti limbah pasir besi (Matsuki *et al*.,2020) dan *red mud* (Wang *et al*.,2020).

Lumpur merah atau *red mud* dapat digunakan sebagai sumber besi oksida untuk pembuatan nanomaterial hematit. Hasil karakterisasi *red mud* dari PT. Indonesia Chemical Alumina (ICA) Kalimantan Barat diperoleh presentase besi (III) oksida (Fe_2O_3) sebesar 30,448% (Wahyinto *et al*., 2022). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Karimi & Rahbar-Kelishami. (2023) hematit dapat diperoleh dari *red mud* dengan proses *leaching* bertahap. Proses *leaching* pertama menggunakan HCl 0,2 M dan *leaching* kedua dengan HCl 3M.

Nanomaterial hematit dapat dibuat menggunakan metode presipitasi dan hidrotermal dengan keunggulan berupa biaya produksi yang relative rendah dan waktu persiapan yang singkat. Pembuatan hematit dengan metode presipitasi berhasil dilakukan Widayat, *et al*. (2019) dengan menggunakan pelarut HCl 37% dan NH_4OH 25% dengan variasi temperatur kalsinasi 650^{o}C, 700^{o}C, 750^{o}C dan 800^{o}C. Ukuran hematit yang diperoleh berada dalam rentang makro yaitu 76,39 μm, 72,16 μm, 208 μm dan 74,11 μm. Pembuatan nanomaterial hematit menggunakan

metode hidrotermal telah dilakukan Kongsat, *et al*. (2021) dengan proses hidrotermal selama 1 jam pada temperatur 180^{o}C menghasilkan hematit dengan diameter rata-rata 40-180 nm

Ukuran nanomaterial hematit dapat dipengaruhi oleh jenis pelarut, temperatur sintesis, waktu reaksi, temperatur kalsinasi serta *capping agnet* yang digunakan. Hematit yang berukuran nano akan memiliki energi permukaan yang tinggi, yang dapat menyebabkan aglomerasi dan peningkatan ukuran partikel, sehingga diperlukan *capping agent* untuk menjaga kestabilan partikel hematit agar tidak mengalami aglomerasi (Sharma *et al*., 2021).

Capping agent akan membuat lapisan pelindung/tudung untuk menghambat satu partikel berinteraksi dengan partikel lainnya dan menghambat partikel tumbuh menjadi lebih besar akibat aglomerasi (Sharma *et al*., 2021). Pembentukan lapisan pelindung/tudung dapat terjadi melalui 2 cara. Cara pertama yaitu gugus fungsi *capping agent* akan terikat pada permukaan nanopartikel melalui ikatan kimia (kovalen atau non-kovalen) yang akan menstabilkan permukaan partikel. Cara kedua melalui sifat kationik atau anionik *capping agent* yang menyebabkan tolakan elektrostatik antar partikel (Javed *et al*., 2022).

Capping agent yang digunakan untuk sintesis nanomaterial hematit dalam penelitian ini yaitu EDTA (*ethylenediaminetetraacetic acid*) yang bersifat aman dan biokompatibel. Struktur EDTA memiliki afinitas yang kuat dengan kation besi pada permukaan hematit yang dapat meningkatkan stabilitas partikel dan mencegah aglomerasi (Devadiga *et al*., 2023). Berdasarkan hal ini diharapkan penggunaan EDTA sebagai *capping agent* dapat mempengaruhi ukuran nanomaterial hematit menjadi lebih kecil. Berdasarkan latar belakang tersebut, maka dalam penelitian ini akan dipelajari pengaruh penambahan *capping agent* EDTA terhadap ukuran nanomaterial hematit melalui metode presipitasi dan hidrotermal.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka dapat diangkat rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana karakteristik nanomaterial hematit dari *red mud*?

2. Bagaimana pengaruh *capping agent* EDTA terhadap ukuran nanomaterial hematit pada metode presipitasi dan hidrotermal?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk

1. Menentukan karakteristik nanomaterial hematit dari *red mud*
2. Mengetahui pengaruh *capping agent* EDTA terhadap ukuran nanomaterial hematit pada metode presipitasi dan hidrotermal.

1.3 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi terkait proses pembuatan nanomaterial hematit melalui metode presipitasi dan hidrotermal serta pengaruh *capping agent* EDTA terhadap ukuran partikel hematit. Penelitian ini juga sangat diharapkan dapat memberi kontribusi dalam mengurangi penumpukan limbah *red mud*